

ICS 65.100
G 25



中华人民共和国国家标准

GB 20683—2006

苯 磺 隆 原 药

Tribenuron-methyl technical

2006-09-01 发布

2007-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的第3章、第5章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(CSBTS/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:上海杜邦农化有限公司、安徽丰乐农化有限责任公司。

本标准主要起草人:梅宝贵、邢君、朱正霏、赵邦斌、李丽华、王传品。

苯 磺 隆 原 药

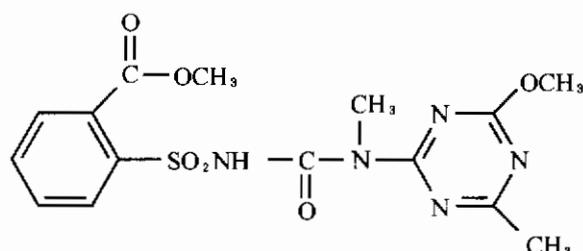
该产品有效成分苯磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：tribenuron-methyl

CIPAC 数字代码：546

化学名称：3-甲基-3-(4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)-1-(2-甲氧基甲酰基苯基)磺酰脲

结构式：



实验式： $C_{16}H_{17}N_5O_5S$

相对分子质量：395.4（按 2001 年国际相对原子质量计）

生物活性：除草

熔点：141℃

蒸气压(25℃)：0.036 mPa

溶解度：水 28 mg/L(pH4)、50 mg/L(pH5)、280 mg/L(pH6)；丙酮 43.8 g/L；乙腈 54.2 g/L；甲醇 3.4 g/L

稳定性：在 45℃ 稳定；在 pH8~10 时稳定、不水解，在 pH<7 或在 pH>12 快速水解；在大多数有机溶剂中不稳定

1 范围

本标准规定了苯磺隆原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由苯磺隆及其生产中产生的杂质组成的苯磺隆原药。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 1600 农药水分测定方法(GB/T 1600—2001, eqv CIPAC MT 30)

GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法(GB/T 1601—1993, eqv CIPAC MT 75:1970)

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

GB 20813 农药产品标签通则

3 要求

3.1 外观：白色至淡黄色粉末。

3.2 苯磺隆原药应符合表 1 要求。

表 1 苯磺隆原药控制项目指标

项 目	指 标
苯磺隆质量分数/% \geq	95.0
甲磺隆质量分数/% \leq	0.5
水分/% \leq	0.4
pH 值范围	3.0~7.0
^a 正常生产时甲磺隆质量分数每 3 个月至少进行一次。	

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“商品原药采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件；最终抽样量应不少于 100 g。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与苯磺隆的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中主色谱峰的保留时间与标样溶液中苯磺隆色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

红外光谱法——试样与标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1}$ ~ 400 cm^{-1} 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。标样红外光谱图见图 1。

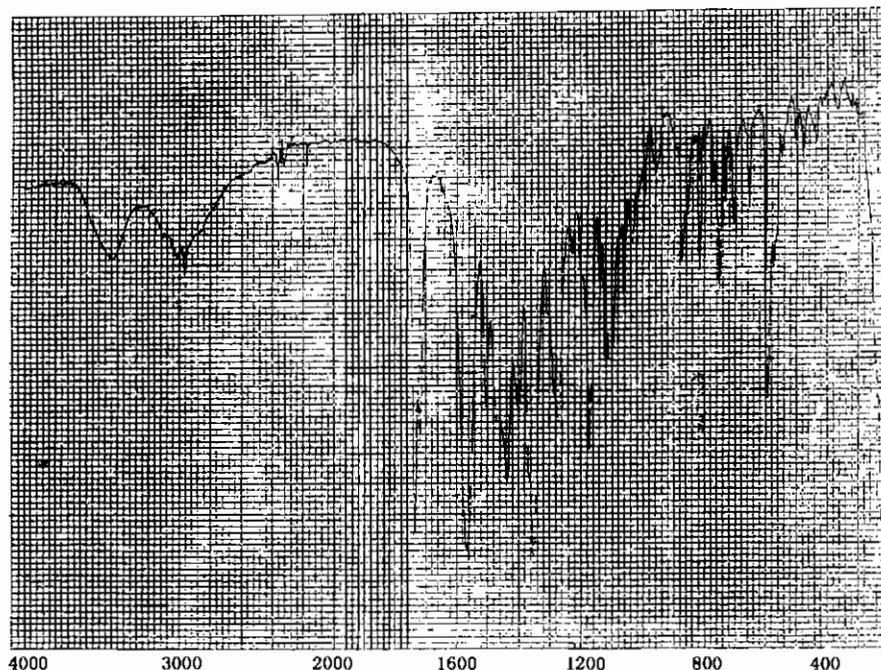


图 1 苯磺隆标样的红外光谱图

4.3 苯磺隆质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用氨水甲醇溶液溶解，以 pH2.0 的磷酸水溶液和乙腈为流动相，使用以 Nova-Pak C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(254 nm)，对试样中的苯磺隆进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇：色谱级；

乙腈:色谱级;

水:新蒸二次蒸馏水;

氨水:质量分数 $w(\text{NH}_3)=26\% \sim 30\%$;

氨水溶液:体积比 $\phi(\text{氨水:水})=1:500$;

氨水甲醇溶液:体积比 $\phi(\text{氨水溶液:甲醇})=50:50$;

苯磺隆标样:已知苯磺隆质量分数 $\geq 98.0\%$ 。

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱:150 mm \times 3.9 mm(i. d.) Nova-Pak C_{18} 不锈钢柱;

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm ;

微量进样器:100 μL ;

定量进样管:5 μL ;

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相:体积比 $\phi(\text{乙腈:水})=45:55$,其中水用磷酸调 pH 至 2.0;

流量:1.0 mL/min;

柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$);

检测波长:254 nm;

进样体积:5 μL ;

保留时间:苯磺隆约 4.0 min。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。

典型的苯磺隆原药的高效液相色谱图见图 2。

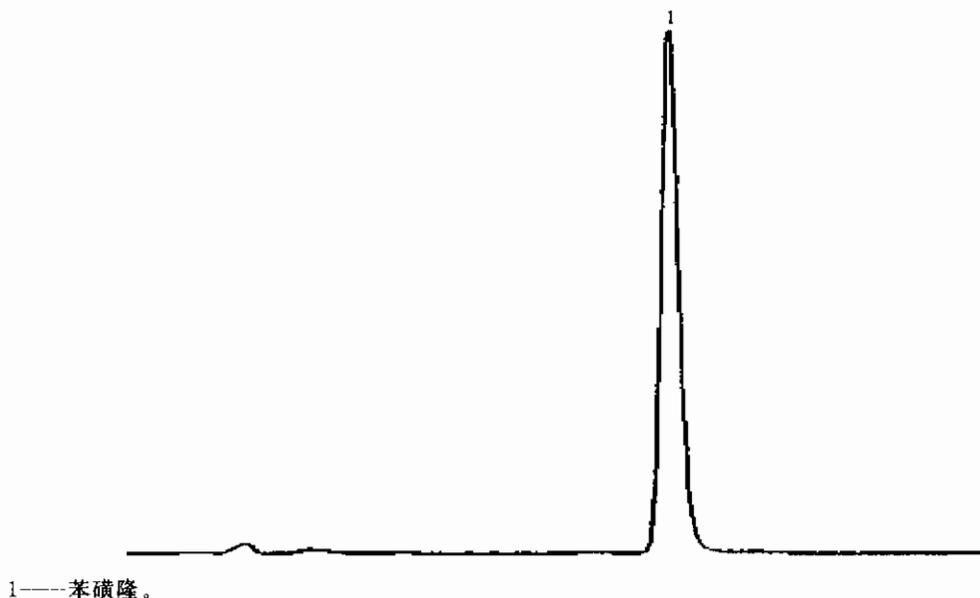


图 2 苯磺隆原药的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

准确称取苯磺隆标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g)于 50 mL 容量瓶中,用氨水甲醇溶液定容至刻度,在超声波下振荡 3 min 使试样溶解,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用氨水甲醇

溶液稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

准确称取含苯磺隆 0.1 g(精确至 0.000 2 g)的苯磺隆原药于 50 mL 容量瓶中,用氨水甲醇溶液定容至刻度,在超声波下振荡 3 min 使试样溶解,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用氨水甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针苯磺隆峰面积相对变化小于 1.2%后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.3.5.4 计算

试样中苯磺隆的质量分数 w_1 (%),按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w}{A_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A_1 ——标样溶液中,苯磺隆峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中,苯磺隆峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中苯磺隆的质量分数,%。

4.3.6 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 1.2%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 甲磺隆质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用氨水甲醇溶液溶解,以 pH 2.0 的磷酸水溶液和乙腈为流动相,使用以 Nova-Pak C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(225 nm),对试样中的甲磺隆进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

甲醇:色谱级;

乙腈:色谱级;

水:新蒸二次蒸馏水;

氨水:质量分数 $w(\text{NH}_3) = 26\% \sim 30\%$;

氨水溶液:体积比 $\phi(\text{氨水} : \text{水}) = 1 : 500$;

氨水甲醇溶液:体积比 $\phi(\text{氨水溶液} : \text{甲醇}) = 50 : 50$;

甲磺隆标样:已知甲磺隆质量分数。

4.4.3 仪器和设备

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱:150 mm × 3.9 mm(i. d.) Nova-Pak C_{18} 不锈钢柱;

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm ;

微量进样器:100 μL ;

定量进样管:5 μL ;

超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相:体积比 $\phi(\text{乙腈} : \text{水}) = 45 : 55$,其中水用磷酸调 pH 至 2.0;

流量:1.0 mL/min;

柱温:室温(温差变化应不大于 2℃);
 检测波长:225 nm;
 进样体积:5 μL;
 保留时间:甲磺隆约 2.1 min。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。
 典型的苯磺隆原药中甲磺隆测定的高效液相色谱图见图 3。

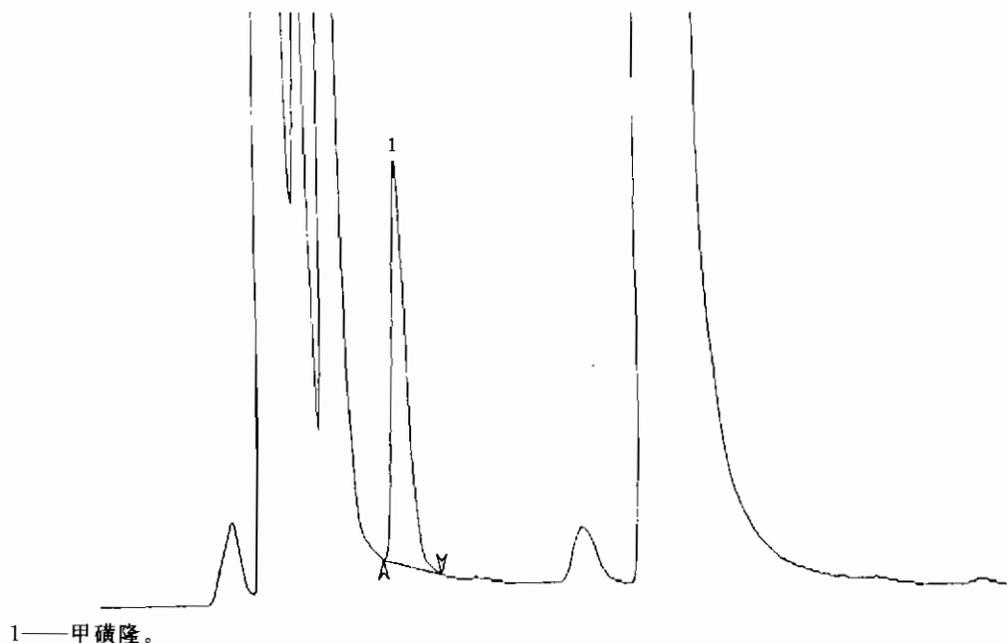


图 3 苯磺隆原药中甲磺隆测定的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

准确称取甲磺隆标样 0.01 g(精确至 0.000 2 g)于 50 mL 容量瓶中,用氨水甲醇溶液定容至刻度,在超声波下振荡 3 min 使试样溶解,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用氨水甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

准确称取 0.1 g(精确至 0.000 2 g)苯磺隆原药于 50 mL 容量瓶中,用氨水甲醇溶液定容至刻度,在超声波下振荡 3 min 使试样溶解,摇匀。

4.4.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针甲磺隆峰面积相对变化小于 5%后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.4.5.4 计算:

试样中甲磺隆的质量分数 w_2 (%)按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2 \times 10} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

A_1 ——标样溶液中,甲磺隆峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中,甲磺隆峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——甲磺隆标样中甲磺隆的质量分数,%;

10——样品稀释倍数不同的换算系数。

4.4.6 允许差

两次平行测定结果之相对差,应不大于10%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休”法进行。

4.6 pH 值测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值处理,采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 苯磺隆原药的标志、标签、包装,应符合 GB 20813 和 GB 3796 的规定。

5.2 苯磺隆原药应用清洁、干燥、内衬塑料袋的编织袋包装,每袋净含量为 25 kg。

5.3 根据用户要求或订货协议,可以采用其他形式的包装,但需符合 GB 3796 的规定。

5.4 苯磺隆原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.5 贮运时,严防潮湿和日晒,不得与食物、种子、饲料混放,避免与皮肤、眼睛接触,防止由口鼻吸入。

5.6 安全:苯磺隆属低毒磷酰胺类除草剂。使用本品应戴防护手套,穿干净的防护服,施药后立即用肥皂水洗净,如皮肤和眼睛接触药液时,要用大量清水冲洗。

5.7 验收期:苯磺隆原药验收期为 1 个月。从交货之日起,在一个月內,完成产品质量验收,其各项指标均应符合标准要求。
